

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 11302824 A

(43) Date of publication of application: 02.11.99

(51) Int. Cl.  
C23C 8/14  
C23C 8/18  
F16L 58/08

(21) Application number: 10112573

(22) Date of filing: 22.04.98

(71) Applicant: OMI TADAHIRO ULTLA CLEAN  
TECHNOLOGY KAIHATSU  
KENKYUSHO:KK

(72) Inventor: OMI TADAHIRO  
NITTA TAKEHISA  
SHIRAI YASUYUKI

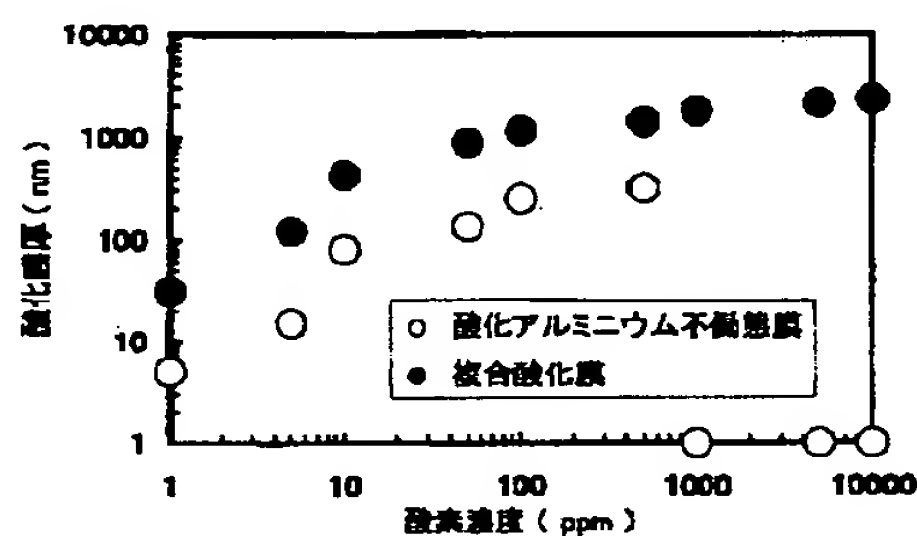
(54) METHOD FOR FORMING PASSIVATED FILM OF  
ALUMINUM OXIDE, PARTS IN CONTACT WITH  
FLUID, AND FLUID FEED EXHAUST SYSTEM

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a fluid feed system to safely feed a highly corrosive fluid by forming an aluminum oxide film which does not contain the oxide film of other metals, and is excellent in corrosion resistance at a low cost and in a short time on the whole surface in contact with the fluid including a welded part.

SOLUTION: A passivated film consisting of aluminum oxide is formed by performing heat treatment in the atmosphere of a mixed gas containing an inert gas and an oxidizing gas on the surface of stainless steel containing aluminum. In welding of a pipe where such a passivated film of aluminum oxide is executed thereon, the oxidizing gas containing oxygen or water is added to a back-shield gas (a gas flowing inside the pipe) and the passivated film of aluminum oxide is executed on the surface of a welded part simultaneously with the welding.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-302824

(43) 公開日 平成11年(1999)11月2日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

C 2 3 C 8/14

C 2 3 C 8/14

8/18

8/18

F 1 6 L 58/08

F 1 6 L 58/08

審査請求 未請求 請求項の数17 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号

特願平10-112573

(22) 出願日

平成10年(1998)4月22日

(71) 出願人 000205041

大見 忠弘

宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2-1-17-301

(71) 出願人 596089517

株式会社ウルトラクリーンテクノロジー開発研究所

東京都文京区本郷4-1-4

(72) 発明者 大見 忠弘

宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2の1の17の301

(74) 代理人 弁理士 福森 久夫

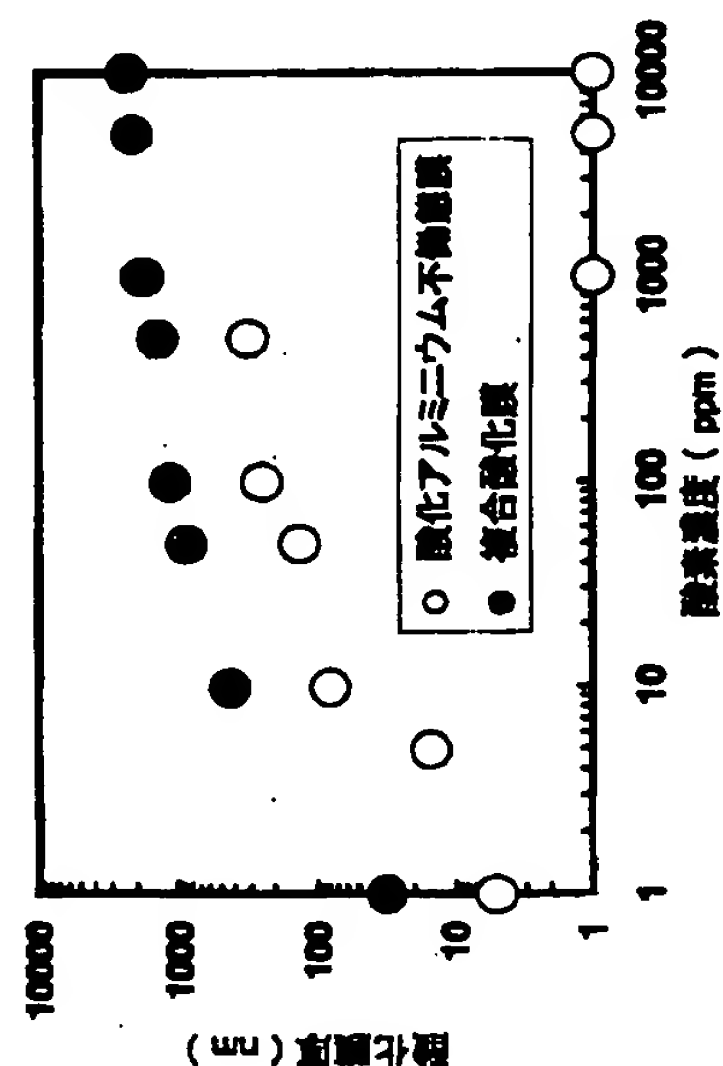
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 酸化アルミニウム不働態膜の形成方法並びに接流体部品及び流体供給・排気システム

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、溶接部も含めたすべての接流体表面に、他金属の酸化膜を含まない耐食性に優れる酸化アルミニウム膜を安価に、また短時間に形成し、腐食性の高い流体を安全に供給する流体供給システムを提供することが可能となる。

【解決手段】 アルミニウム含有ステンレス鋼の表面に不活性ガスと酸化性ガスを含んだ混合ガス雰囲気中において熱処理を行うことにより酸化アルミニウムから成る不働態膜を形成することを特徴とし、溶接時に酸化性ガスを含んだ混合ガスをバックシールディングガスに用いることにより、腐食性の高い流体を安全に供給する流体供給システムを提供することを特徴とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルミニウムを3重量%～7重量%含有するステンレス鋼の表面に酸化性ガスを接触させて熱処理を行うことにより酸化アルミニウムから成る不働態膜を形成することを特徴とする酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項2】 前記酸化性ガスとして、酸素濃度は50ppb～100ppmの酸素を添加することを特徴とする請求項1記載の酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項3】 前記酸化性ガスとして、酸素濃度は1ppm～50ppmの酸素を添加することを特徴とする請求項1記載の酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項4】 前記酸化性ガスとして、200ppb～50ppmの水分を添加することを特徴する請求項1記載の酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項5】 前記酸化性ガスとして、500ppb～10ppmの水分を添加することを特徴する酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項6】 前記酸化性ガスとして、水素を含む酸化性混合ガスを添加することを特徴する請求項2～5のいずれか1項に記載の酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項7】 前記酸化処理温度は、700℃～1200℃であることを特徴とする請求項1記載の酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項8】 前記酸化処理温度は、800℃～1100℃であることを特徴とする請求項1記載の酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項9】 前記酸化処理時間は、30分～3時間であることを特徴とする請求項1記載の酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項10】 請求項1～9のいずれか1項に記載の処理条件により形成された酸化アルミニウム不働態膜からなる部材により構成されたことを特徴とする接流体部品。

【請求項11】 請求項1～9のいずれか1項に記載の処理条件により形成された酸化アルミニウム不働態膜からなる部材により構成されたことを特徴とする流体供給・排気システム。

【請求項12】 請求項1～9のいずれか1項に記載の処理条件により処理された配管の溶接において、溶接と同時に溶接部表面に酸化アルミニウム不働態膜を施すことを特徴とする酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項13】 前記溶接の際に、溶接時に使用するバックシールドガスに10ppm～5000ppmの酸素を添加した酸化性ガスを用いることを特徴とする請求項12記載の酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項14】 前記溶接の際に、溶接時に使用するバックシールドガスに1ppm～1000ppmの水分を

添加した酸化性ガスを用いることを特徴とする請求項12記載の酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項15】 前記混合ガスは、水素を含む酸化性混合ガスを用いることを特徴とする請求項13又は請求項14に記載の酸化アルミニウム不働態膜の形成方法。

【請求項16】 請求項13～15のいずれか1項に記載の溶接により構築されたことを特徴とする接流体部品。

【請求項17】 請求項13～15のいずれか1項に記載の溶接により構築されたことを特徴とする流体供給・排気システム。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、酸化アルミニウム不働態膜の形成技術並びに接流体部品及び流体供給・排気システムにかかる。

【0002】

【発明の背景】 半導体製造技術において、塩化水素や臭化水素といった腐食作用の強いガス、またはシラン、ジボラン、ホスフィンといった分解作用の高いガスが使用されており、それらのガスを安定に供給するため酸化クロム不働態膜形成技術が導入されている。さらに近年、半導体製造においては、オゾンガス、オゾン水も使用されだしており、医療関係、食品関係においては、現在すでに使用されている。しかし、オゾンは酸化作用が強いため、耐食性に優れる酸化クロム不働態膜でさえ酸化（腐食）されてしまい、また樹脂においても硬化、樹脂成分の溶解といった問題点が起きていた。そのため、オゾンの酸化（腐食）による供給ラインの劣化、不純物の混入、漏れなどの問題点があった。

【0003】 酸化クロム不働態膜より耐食性に優れる酸化アルミニウム不働態膜の形成技術は、従来はアルミニウムからなる鋼材もしくはアルミニウムを被覆させた鋼材に酸化性ガスを接触させ酸化アルミニウムを形成する方法、もしくはアルミニウムを含有する鋼材に酸化性ガスを接触させ、酸化アルミニウムを含む複合酸化膜を形成する方法が用いられてきた。しかし、アルミニウムを鋼材にすると加工性が悪く、また硬度が小さいため配管材料などに用いるには適しておらず、アルミニウムを被覆する鋼材では費用がかかり、また時間を要するといった問題があった。また、アルミニウムを含有する鋼材に酸化性ガスを接触させ、酸化アルミニウム膜を形成する方法では、酸化アルミニウムの他に他金属の酸化膜も形成されるため、耐食性に劣るといった問題点があり、他金属酸化膜を一切ふくまない酸化アルミニウム膜を形成するのは困難であった。また、酸化アルミニウム膜を形成した配管を溶接した際、溶接熱によって溶接部近傍の酸化アルミニウム膜が蒸発してしまい、母材の表面が再形成されるため耐食性に優れず溶接部近傍の劣化を招いていた。

## 【0004】

【発明が開発しようとする課題】本発明は、他金属の酸化膜を含まない耐食性に優れる酸化アルミニウム膜を形成し、腐食性の高い流体を安全に供給することを目的とする。

【0005】本発明は、耐食性に優れる酸化アルミニウム膜を安価に、また短時間に形成し生産性を向上させることを目的とする。

【0006】本発明は、耐食性に劣る溶接部においても溶接と同時に酸化アルミニウム膜を形成し溶接部における耐食性の問題点を克服し、耐食性の優れる流体供給システムを提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、アルミニウム含有ステンレス鋼の表面に酸化性ガスを接触させ、熱処理を行うことにより酸化アルミニウムから成る不働態膜を形成することを特徴とする。

【0008】本発明の形成方法は酸素もしくは水分を含む酸化性ガスにアルミニウム含有ステンレス鋼に接触させ酸化アルミニウム不働態膜を形成することを特徴とする。酸素濃度は、500ppb~100ppm、好ましくは1ppm~50ppmである。水分濃度は、200ppb~50ppm、好ましくは500ppb~10ppmである。

【0009】本発明は、アルミニウム含有ステンレス鋼に接触させる酸化性ガスが、水素を含む酸化性混合ガスであることを特徴とする。

【0010】本発明の形成方法において、酸化処理温度は700℃~1200℃、好ましくは800℃~1100℃であることを特徴とする。

【0011】本発明の形成方法において、酸化処理時間は30分~3時間であることを特徴とする。

【0012】本発明は、かかる酸化アルミニウム不働態膜を施した配管の溶接において、酸素もしくは水分を含む酸化性ガスをバックシールドガス（配管内部を流れるガス）に添加し、溶接と同時に溶接部表面に酸化アルミニウム不働態膜を施すことを特徴とする。酸素濃度は、10ppm~5000ppmである。水分濃度は、1ppm~1000ppmである。

【0013】本発明は、溶接と同時に溶接部表面に酸化アルミニウム不働態膜を施す溶接において使用するバックシールドガス（配管内部を流れるガス）中に水素を含む酸化性混合ガスであることを特徴とする。

## 【0014】

【発明の実施の形態】以下では、本発明にかかる作用に関して説明する。

【0015】本発明は、アルミニウム含有ステンレス鋼の表面に酸化性ガスを接触させ、熱処理を行うことにより他金属の酸化膜を含まない酸化アルミニウムから成る不働態膜を形成することを特徴とする。耐食性に優れる

酸化アルミニウム不働態膜をアルミニウム含有ステンレス鋼の表面に形成する事により、従来からの加工性、硬度といった問題点を克服し、配管材料に適した酸化アルミニウム不働態膜の形成を可能にした。また、従来に比べ、安価で短時間の処理が可能で、酸化アルミニウム不働態膜処理の生産性の向上が実現できる。

【0016】本発明の形成方法は、酸素もしくは水分を含む酸化性ガスにアルミニウム含有ステンレス鋼に接触させ酸化アルミニウム不働態膜を形成することを特徴とし、酸素濃度は、500ppb~100ppm、好ましくは1ppm~50ppmであり、また水分濃度は、200ppb~50ppm、好ましくは500ppb~10ppmである。さらに、酸化性ガス中に水素を含む酸化性混合ガスでも良いことを特徴とする。アルミニウム含有ステンレス鋼は、アルミニウムの他に、鉄、クロム、ニッケルといったステンレス鋼成分が含有されており、酸化性成分が多量に存在すると他金属もアルミニウムと一緒に酸化されてしまい、他金属酸化膜の存在しない酸化アルミニウム不働態膜を形成することは困難であり、また、酸化性成分が少なすぎると酸化膜が形成できないため、他金属は酸化されず、アルミニウムのみ酸化されるような上記に記載の酸化性雰囲気で行うことにより、酸化アルミニウム不働態膜が形成可能となる。また、さらに過剰な酸化性雰囲気においても還元性の水素を添加し、酸化雰囲気の酸化性成分の濃度を幅広く設定することを可能にした。また、水素を添加することにより、より緻密で強固な酸化アルミニウム不働態膜を形成することが可能である。

【0017】本発明の形成方法は、酸化処理温度が700℃~1200℃、好ましくは800℃~1100℃であることを特徴とする。前記記載の他金属酸化膜の存在しない酸化アルミニウム不働態膜の形成方法において、選択的にアルミニウムのみを酸化するため上記温度で酸化を行い、他金属の酸化を防止することができる。700℃以下では鉄やクロムも酸化されてしまい、また1200℃以上では、形成された酸化アルミニウム不働態膜の表面に酸化アルミニウムの結晶が析出してしまい、流体を供給すると析出した酸化アルミニウムの結晶が剥離してしまい、また亀裂が生じてしまうため、供給流体が汚染してしまう恐れがあるため、処理温度は700℃~1200℃が適している。

【0018】本発明の形成方法は、酸化処理時間は30分~3時間であることを特徴とする。酸化アルミニウム不働態膜形成にかかる時間が30分~3時間と短いため、従来のようなアルミニウム被覆後に熱処理を施すといった手間がかからず、生産性の向上が可能である。

【0019】本発明は、かかる酸化アルミニウム不働態膜を施した配管の溶接において、酸素もしくは水分を含む酸化性ガスをバックシールドガス（配管内部を流れるガス）に添加し、溶接と同時に溶接部表面に酸化アルミ



ニウム不働態膜を施すことを特徴とし、酸素濃度は、10ppm～5000ppmであり、また水分濃度は、1ppm～1000ppmである。さらに、酸化性ガス中に水素を含む酸化性混合ガスでも良いことを特徴とする。本発明により、一般に言われている溶接部近傍の局所劣化を防止することができ、さらに溶接後の再酸化アルミニウム不働態処理といった手間をかけることなく、溶接と同時に処理可能なため生産性の向上が可能である。

【0020】本発明により、酸化クロム不働態膜より耐食性に優れた酸化アルミニウム不働態膜が安価で短時間に形成可能であり、腐食作用の高い流体を安定に供給可能な流体供給システムの構築が可能となる。

【0021】

【実施例】以下、図面を参照して本発明にかかる、酸化アルミニウム不働態膜の形成技術並びに接流体部品及び流体供給・排気システムの説明をするが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0022】本実施例における溶接は、Arc Machines, Inc.社の溶接電源 (Model207A) およびExcel Design社の溶接機を用いて行った。

【0023】(実施例1)図1は、本発明にかかる酸化アルミニウム不働態膜の処理を行うガス供給系の模式図である。ガス供給系には、希釈ガスとしてアルゴン、酸化性ガスとして酸素、および水分を発生させるために水素を導入しており、流量制御器により、正確に流量が制御されている。水分発生には、ニッケルチューブを加熱することによりニッケルの触媒作用により水分を発生させる原理を用いた水分発生器を使用している。また、酸素は2段階希釈により、50ppb～100ppmまで制御可能である。このガス供給系を用いて、酸化アルミニウム不働態膜形成の酸素濃度依存性を調査した。

【0024】酸化処理材料としては、アルミニウムを4%含有するステンレス鋼を用いた。

【0025】酸素濃度を100ppb～100ppmまで変化させ、その時の酸化表面を島津製作所製ESCA1000にて光電子分光法より測定を行い、表面の化学的組成、ならびに酸化アルミニウム不働態膜の膜厚の測定を行った。温度は、900℃で、処理時間は1時間である。

【0026】図2は、その時の酸素濃度依存性の結果を示すグラフである。

【0027】○は100%アルミニウム不働態膜を表しており、●は複合酸化膜を表している。

【0028】結果より、500ppb～10ppmの酸素濃度で100%酸化アルミニウム不働態膜が形成できることが判明した。500ppb以下になると酸化作用が低くなるため酸化膜厚が薄くなり、また10ppm以上になると酸化作用が高くなるため鉄やクロムといった他金属が酸化されるため酸化膜厚は増加するが100%

の酸化アルミニウム不働態膜の膜厚が薄くなる傾向が見られた。

【0029】(実施例2)実施例1と同様に水分濃度を100ppb～10ppmまで変化させ、その時の酸化表面の化学的組成、ならびに酸化アルミニウム不働態膜の膜厚の測定を行った。温度は、900℃で、処理時間は1時間である。

【0030】図3はその時の酸素濃度依存性の結果を示すグラフである。

【0031】○は100%アルミニウム不働態膜を表しており、●は複合酸化膜を表している。

【0032】結果より、200ppb～5ppmの酸素濃度で酸化アルミニウム不働態膜が形成できることが判明した。水分の方が酸素に比べ酸化作用が高いため酸素に比べると低濃度の酸化性雰囲気中で酸化アルミニウム不働態膜の形成が可能であることが判明した。200ppb以下になると酸化作用が低くなるため酸化膜厚が薄くなり、また5ppm以上になると酸化作用が高くなるため鉄やクロムといった他金属が酸化されるため酸化膜厚は増加するが100%の酸化アルミニウム不働態膜の膜厚が薄くなる傾向が見られた。

【0033】(実施例3)実施例1及び2において、同様に酸素濃度を500ppb～500ppmまで、また水分濃度を100ppb～100ppm変化させ酸化処理を施す際に水素を10%添加し、水素を添加することでの酸化アルミニウム不働態膜形成における酸化雰囲気依存性を調査した。温度は900℃で、処理時間は1時間で酸化処理である。

【0034】実施例1及び2と同様に光電子分光法より測定を行い、100%酸化アルミニウム不働態膜の膜厚の測定を行った。

【0035】図4はその時の酸素濃度及び水分濃度依存性の結果を示すグラフである。

【0036】□は酸素濃度を表しており、■は水分濃度を表している。

【0037】結果より、5ppm～100ppmの酸素濃度で、また1ppm～50ppmの水分濃度で酸化アルミニウム不働態膜が形成できることが判明した。水素を添加することにより、還元性雰囲気を作れるため、実施例1の時に酸化アルミニウム不働態膜が形成された低濃度酸化性雰囲気では、酸化膜が成長せず、反対に他金属も酸化されてしまう高濃度酸化性雰囲気において酸化アルミニウム不働態膜を形成できることが判明した。

【0038】実施例1及び2と併せ本実施例より、水素を添加することにより、酸素濃度500ppb～100ppmまで、また水分濃度200ppb～50ppmの広範囲にわたり酸化アルミニウム不働態膜形成が可能であることが判明した。

【0039】また、水素を添加することにより、アルミニウムが酸化と還元を繰り返しながら酸化膜が成長する

ため、緻密で強固な酸化アルミ不働態膜が形成できると推測される。

【0040】（実施例4）実施例1と同様に処理温度を600℃～1200℃まで変化させ、その時の酸化表面の化学的組成、ならびに酸化アルミニウム不働態膜の膜厚の測定を行った。水分濃度5ppmさらに水分混合ガス中に水素を10%添加した酸化性雰囲気、処理時間は1時間である。

【0041】図5は、その時の温度依存性の結果を示すグラフである。

【0042】結果より、600℃においては他金属が存在する複合酸化膜が形成されており、700℃以上において酸化アルミニウム不働態膜形成が可能であることが判明した。さらに、800℃以上においては、ステンレス鋼の最表面から100nm以上の100%酸化アルミニウム不働態膜が形成されており、温度と100%酸化アルミニウム不働態膜厚の関係に依存性があることが明らかになった。

【0043】しかし、1200℃以上の温度で酸化処理を行うと、酸化アルミ不働態膜表面に酸化アルミニウムが析出してしまい、流体を供給すると析出した酸化アルミニウムの結晶が剥離してしまい、また亀裂が生じてしまう恐れがあると推測される。

【0044】（実施例5）実施例1と同様に処理時間を10分～5時間まで変化させ、その時の酸化表面の化学的組成、ならびに酸化アルミニウム不働態膜の膜厚の測定を行った。処理温度は900℃、水分濃度5ppmさらに水分混合ガス中に水素を10%添加した酸化性雰囲気である。

【0045】各温度において、それぞれ3サンプルを処理した。光電子分光法より測定を行い、100%酸化アルミニウム不働態膜の膜厚の測定を行った。

【0046】図6は、その時の時間依存性の結果を示すグラフである。

【0047】結果より、30分以上において酸化アルミニウム不働態膜が再現性よく処理可能であることが判明した。30分～3時間にかけて100%酸化アルミニウム不働態膜厚と時間依存性が明らかであり、時間の増加とともに膜厚がほぼ直線的に増加している。しかし、3時間以上処理を施しても膜厚の増加があまり確認されず、また、あまり膜厚が厚くなりすぎると、酸化アルミニウム不働態膜の下地にアルミニウムの空乏層が出来てしまい、酸化アルミニウム不働態膜の剥離、亀裂といった問題点が出てくると推測される。また30分以下では、膜厚のばらつきが大きく再現性の良い酸化処理が不可能である。そのため処理時間は30分～3時間が適切であると推測される。

【0048】（実施例6）アルミニウムを4%含有するステンレスを水分濃度5ppm、さらに水分混合ガス中に水素を10%添加した酸化性雰囲気、処理温度は9

00℃、処理時間は1時間で酸化処理を施した膜厚約200nmの酸化アルミニウム不働態膜、従来技術の膜厚約30nmの酸化クロム不働態膜、通常のステンレス鋼（SUS316L-EP）のそれぞれを100%塩素ガス中に、24時間、圧力5kg/cm<sup>2</sup>、温度100℃で加速耐食試験を行った。

【0049】従来のステンレス鋼では、表面全体に腐食生成物が観察され腐食が進行していることが確認されるが、酸化クロム不働態膜及び酸化アルミニウム不働態膜どちらも腐食生成物は一切確認されず、優れた耐食性を示すことが判明した。

【0050】図7は、本実施例における光電子分光法より測定を行い、表面の化学的組成の結果を示すグラフである。

【0051】従来のステンレス鋼では、最表面から深さ方向に塩素が検出され、腐食が深さ方向に進行していることが確認されるが、酸化クロム不働態膜及び酸化アルミニウム不働態膜どちらも塩素は最表面のみに検出され、深さ方向には検出されず、塩素は物理的に吸着しているのみであることが確認され、優れた耐食性を示すことが判明した。

【0052】（実施例7）実施例1と同様に、膜厚約200nmの酸化アルミニウム不働態膜、膜厚約30nmの酸化クロム不働態膜、通常のステンレス鋼、従来から耐オゾン性に優れると言われているチタンのそれぞれを14ppmオゾン水に1週間浸漬試験し、鋼材中の金属の溶出量を誘導結合型質量分析計（ICP-MS）にて測定した。

【0053】図8は、その時の溶出試験の結果を示すグラフである。

【0054】ステンレス鋼、酸化クロム不働態膜の溶出量が多量であり、従来からオゾン用に使用されているチタンはステンレス鋼、酸化クロム不働態膜に比べ溶出量は少量であるが、酸化アルミニウム不働態膜に比べると5倍以上の金属溶出が確認された。オゾンは酸化作用が高いため、ステンレス鋼、酸化クロム不働態膜では、オゾンにより酸化（腐食）され、母材中の金属が多量に溶出し、酸化アルミニウム不働態膜が最もオゾン供給用の表面処理に適していることが明らかになった。

【0055】（実施例8）アルミニウムを4%含有するステンレスを水分濃度5ppmさらに、水分混合ガス中に水素を10%添加した酸化性雰囲気、処理温度は900℃、処理時間は1時間で酸化処理を施した膜厚約200nmの酸化アルミニウム不働態膜を形成した外径6.35mmの配管を電流値10A、回転数7.5rpmで溶接電極を1周させ、溶接を行った。

【0056】その時の、バックシールディングガスの酸素濃度を1ppm～1%まで変化させ酸化アルミニウム不働態膜の化学組成、ならびに膜厚を測定した。

【0057】図9は、その時の酸素濃度依存性の結果を

示すグラフである。

【0058】結果より、酸素濃度10ppm～500ppmにかけて、酸素濃度と酸化アルミニウム不働態膜厚の関係に依存性があるのが判明し、バックシーリングガス中に酸素を添加することにより、良質な溶接部表面が溶接と同時に形成されることが確認された。また、500ppm以上になると鉄とクロムが酸化され他金属酸化膜を含まない酸化アルミニウム不働態膜が形成されないが、実施例3に記載のごとく水素を添加することにより、酸化アルミニウム不働態膜を得るための酸化性ガスの濃度を高濃度にするのが可能なため、実施例3と同様に水素を加えることにより、溶接と同時に酸化アルミニウム不働態膜を形成するための酸素濃度は高濃度でも可能であると推測されるため、酸化アルミニウム不働態膜形成可能な酸素濃度は、10ppm～5000ppmであると推測される。

【0059】本実施例より、溶接と同時に酸化アルミニウム不働態膜が形成可能であり、従来からの溶接部の局所劣化が短時間で防止可能であることが明らかになった。

【0060】（実施例9）実施例8と同様に、膜厚約50nmの酸化アルミニウム不働態膜を形成した外径6.35mmの配管を電流値10A、回転数7.5rpmで溶接電極を1周させ、溶接を行った。その時の、バックシーリングガスの水分濃度を1ppm～1000ppmまで変化させ酸化アルミニウム不働態膜の化学組成、ならびに膜厚を測定した。

【0061】図10は、その時の酸素濃度依存性の結果を示すグラフである。

【0062】結果より、水分濃度1ppm～500ppmにかけて、酸素濃度と酸化アルミニウム不働態膜厚の関係に依存性があるのが判明した。また、500ppm以上になると鉄とクロムが酸化され他金属酸化膜を含まない酸化アルミニウム不働態膜が形成されないが、実施例3に記載のごとく水素を添加することにより、酸化アルミニウム不働態膜を得るための酸化性ガスの濃度を高濃度にするのが可能なため、実施例3と同様に水素を加えることにより、溶接と同時に酸化アルミニウム不働態膜を形成するための酸素濃度は高濃度でも可能であると推測されるため、酸化アルミニウム不働態膜形成可能な酸素濃度は、1ppm～1000ppmであると推測される。

【0063】実施例9および実施例10より、溶接部の劣化を招くような問題点を克服することが可能であり、耐食性に優れる酸化アルミニウム不働態膜を形成した流体供給システムを構築することが可能であることが確認された。

【0064】

【発明の効果】本発明によれば、アルミニウム含有ステンレス鋼の表面に耐食性に優れる酸化アルミニウムから

成る不働態膜を形成することが可能であり、従来からの加工性、硬度といった問題点を克服し、配管材料に適した酸化アルミニウム不働態膜の形成が可能となる。

【0065】本発明によれば、従来に比べ、安価で短時間の処理が可能で、酸化アルミニウム不働態膜処理の生産性の向上が実現できる本発明によれば、溶接部近傍の局所劣化を防止することができ、さらに溶接後の再酸化アルミニウム不働態処理といった手間をかけることなく、溶接と同時に処理可能なため生産性の向上が可能となる。

【0066】本発明によれば、溶接部も含めて全ての接ガス部において酸化アルミニウム不働態処理が安価で短時間に形成可能であり、腐食作用の高い流体を安定に供給可能な流体供給システムを提供することが可能となる。

【0067】本発明により、酸化クロム不働態膜より耐食性に優れた酸化不働態膜がの構築が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の酸化アルミニウム不働態処理に用いたガス供給系の模式図である。

【図2】本発明の酸化アルミニウム不働態膜形成時の酸素濃度依存性を光電子分光法にて評価を行った結果である。

【図3】本発明の酸化アルミニウム不働態膜形成時の水分濃度依存性を光電子分光法にて評価を行った結果である。

【図4】本発明の酸化アルミニウム不働態膜形成時の酸化性雰囲気中に水素を添加した時の酸素及び水分濃度依存性を光電子分光法にて評価を行った結果である。

【図5】本発明の酸化アルミニウム不働態膜形成時の処理温度依存性を光電子分光法にて評価を行った結果である。

【図6】本発明の酸化アルミニウム不働態膜形成時の処理時間依存性を光電子分光法にて評価を行った結果である。

【図7】本発明の酸化アルミニウム不働態膜の塩素ガスに対する耐食性を光電子分光法にて評価を行った結果である。

【図8】本発明の酸化アルミニウム不働態膜の耐オゾン性を溶出テストにて評価を行った結果である。

【図9】本発明の溶接技術による、酸化アルミニウム不働態膜形成時の酸素濃度依存性を光電子分光法にて評価を行った結果である。

【図10】本発明の溶接技術による、酸化アルミニウム不働態膜形成時の水分濃度依存性を光電子分光法にて評価を行った結果である。

【符号の説明】

101 流体制御器、

102 バルブ、

103 圧力制御バルブ、

10

20

30

40

50

104 水分発生器、

105 酸化処理炉。

【図1】

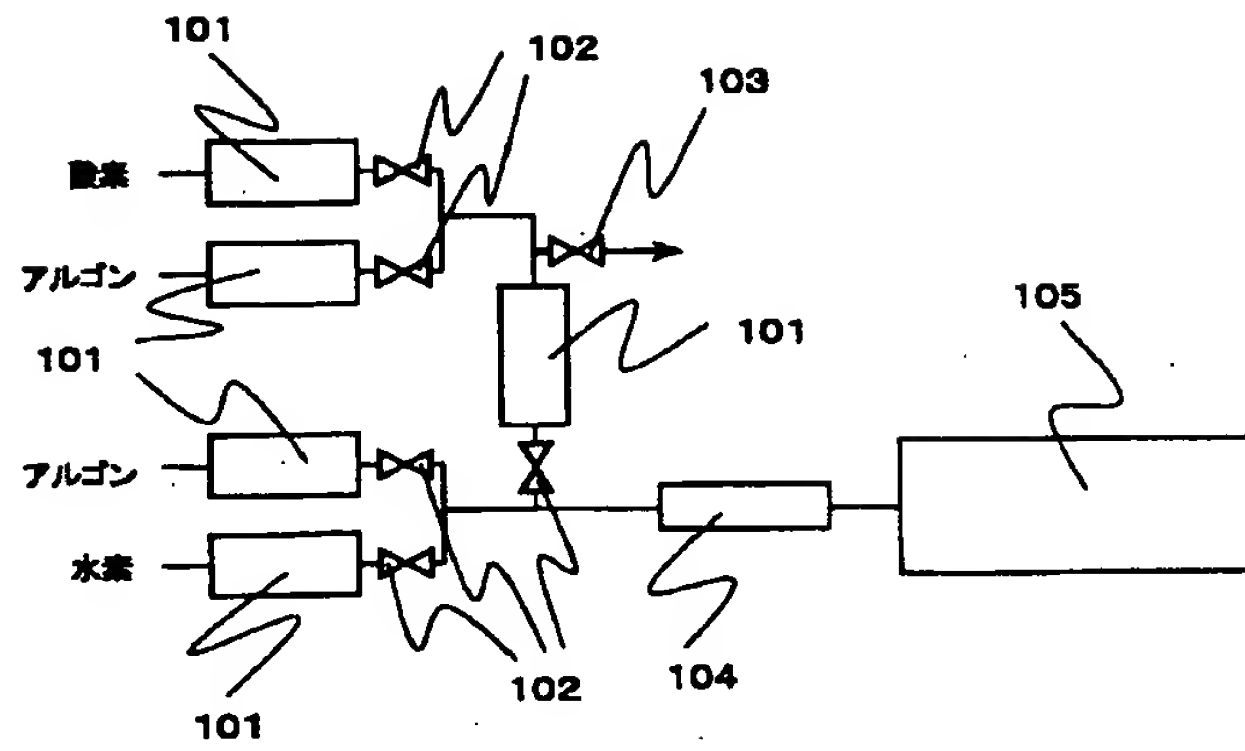


図1 酸化処理ガス供給系模式図

【図2】

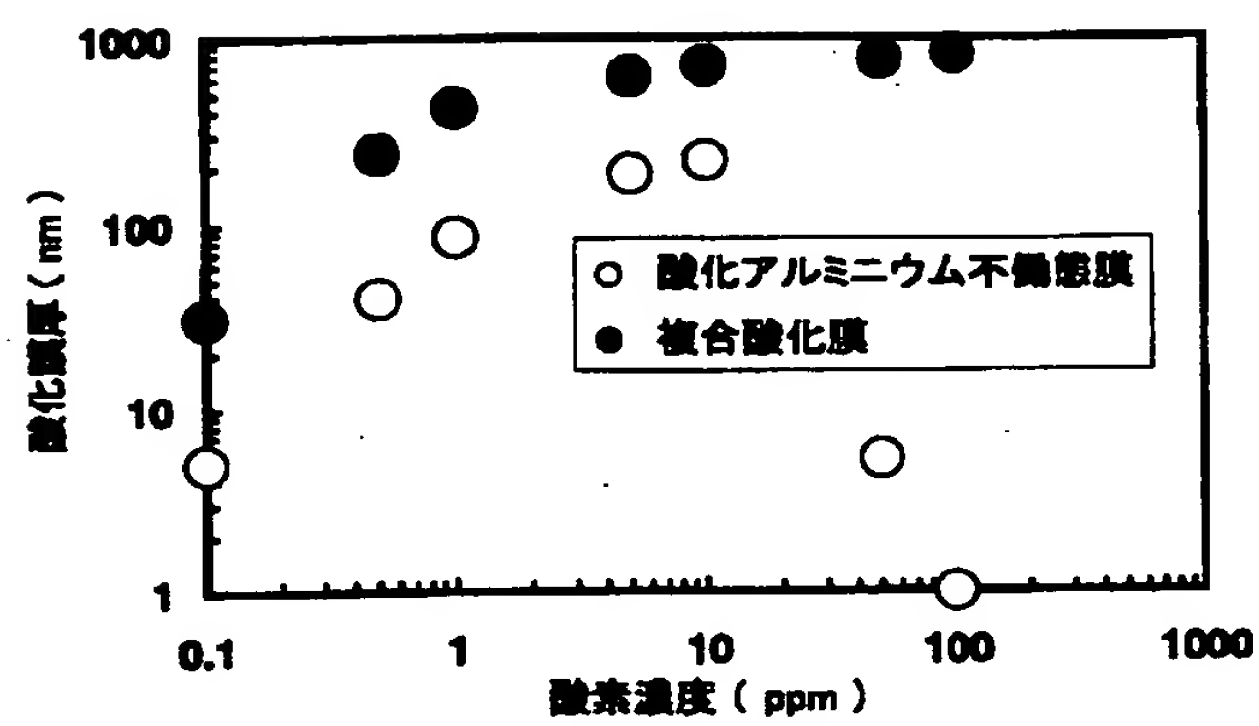


図2 酸化膜厚の酸素濃度依存性



【図3】

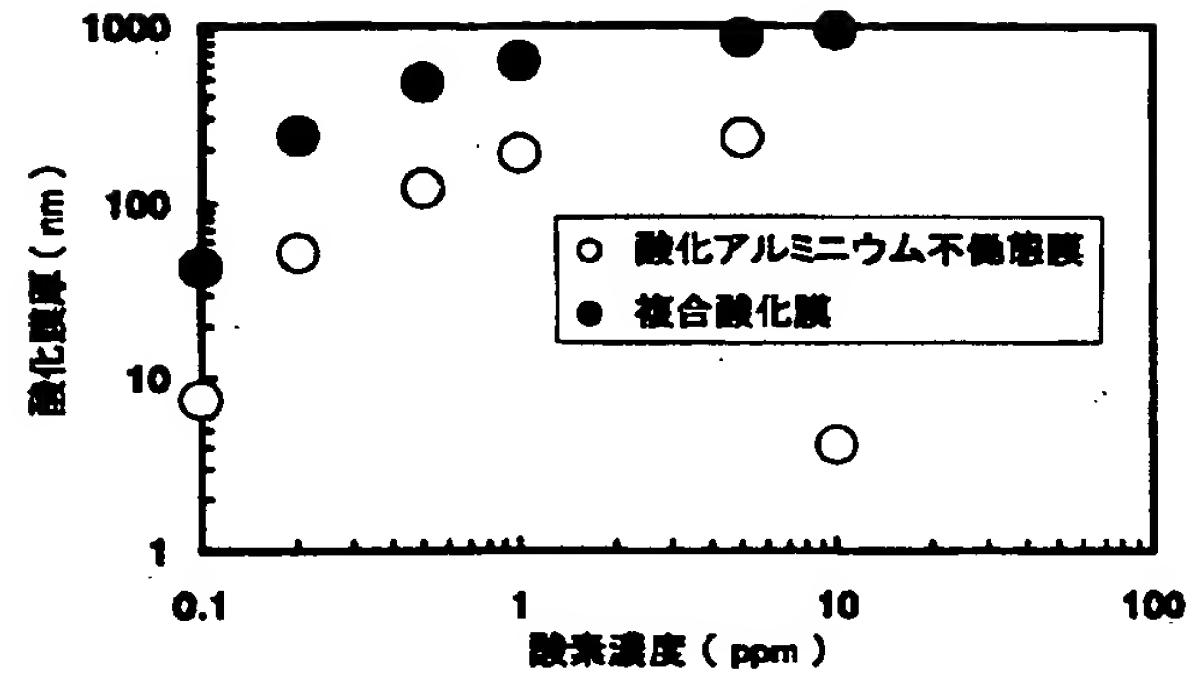


図3 酸化膜厚の水分濃度依存性

【図4】

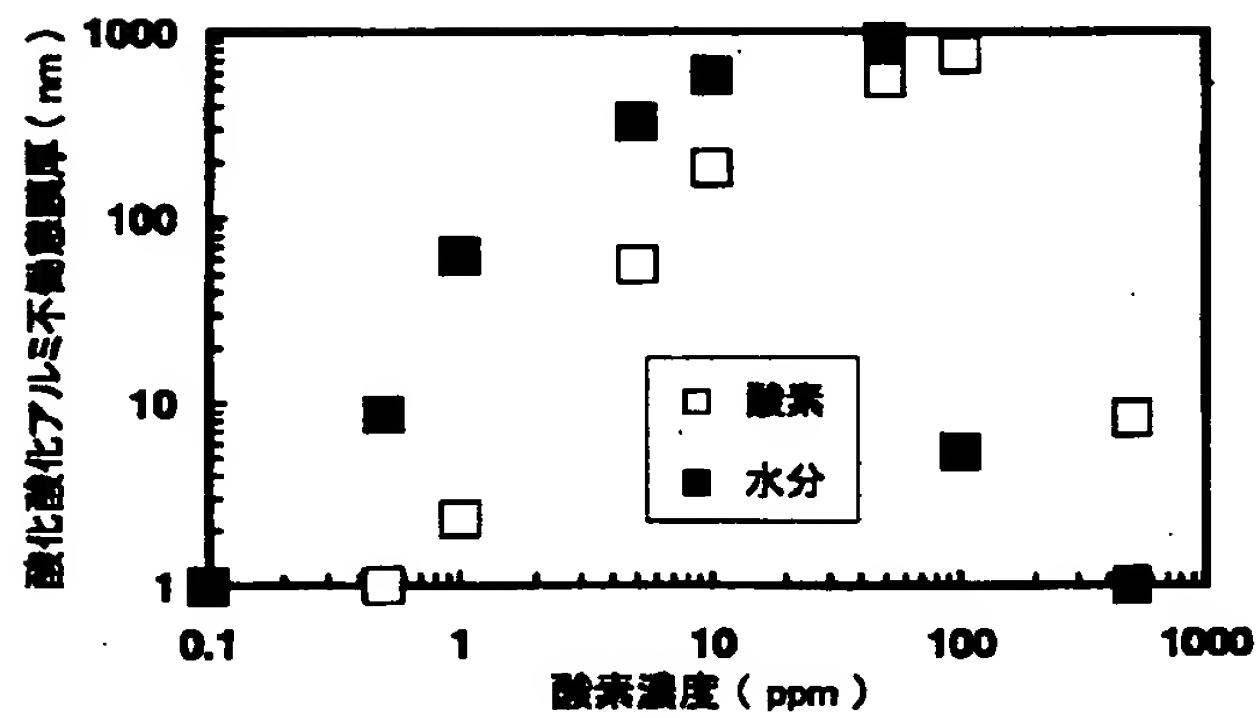


図4 水素添加時の酸素と水分濃度依存性

【図5】

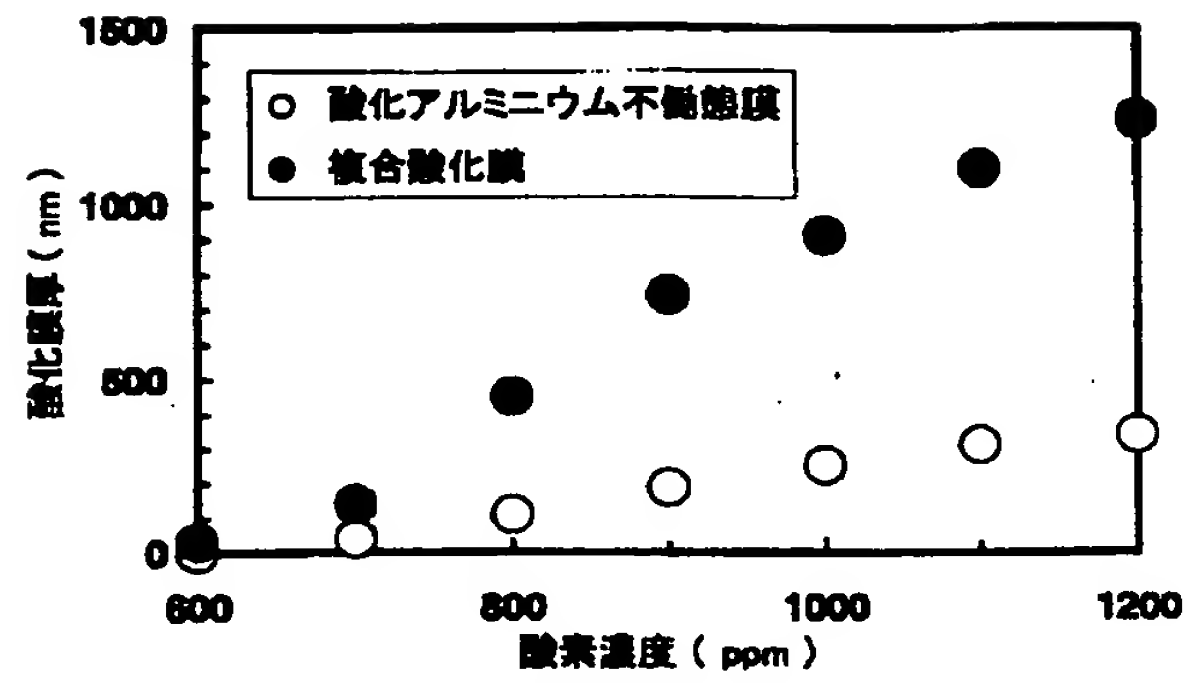


図5 酸化膜厚の温度依存性

【図6】

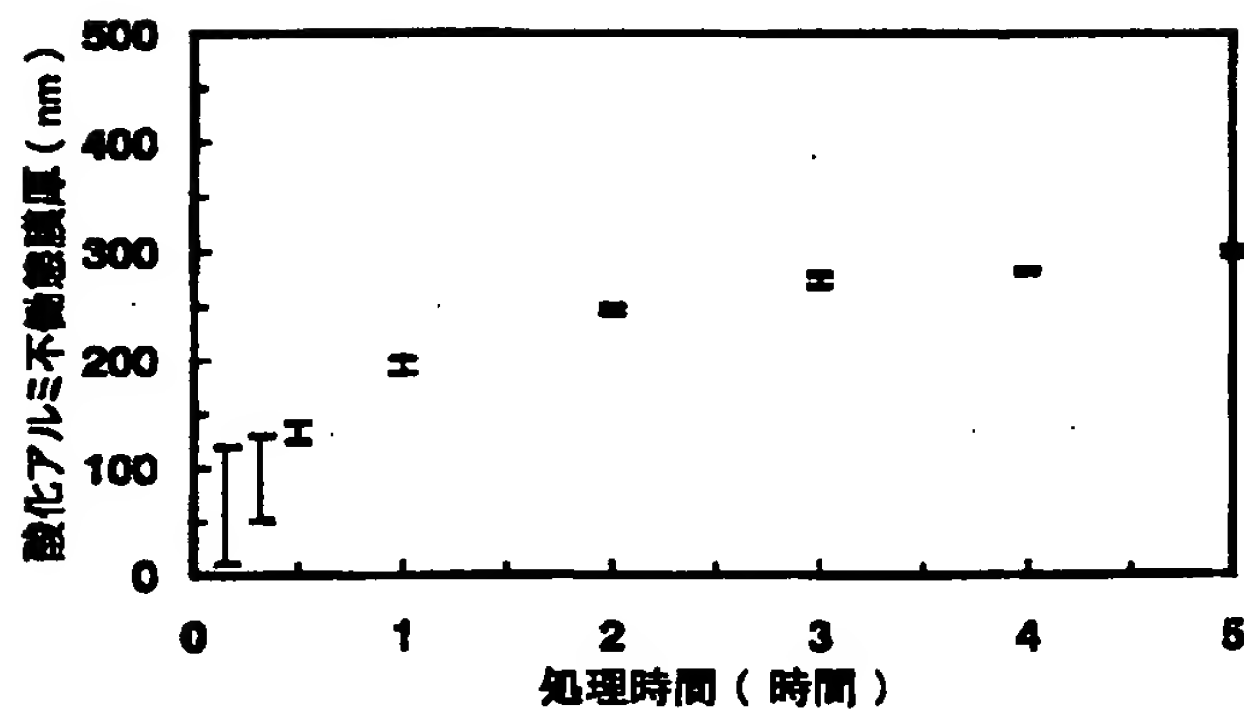


図6 酸化膜厚の処理時間依存性

【図7】

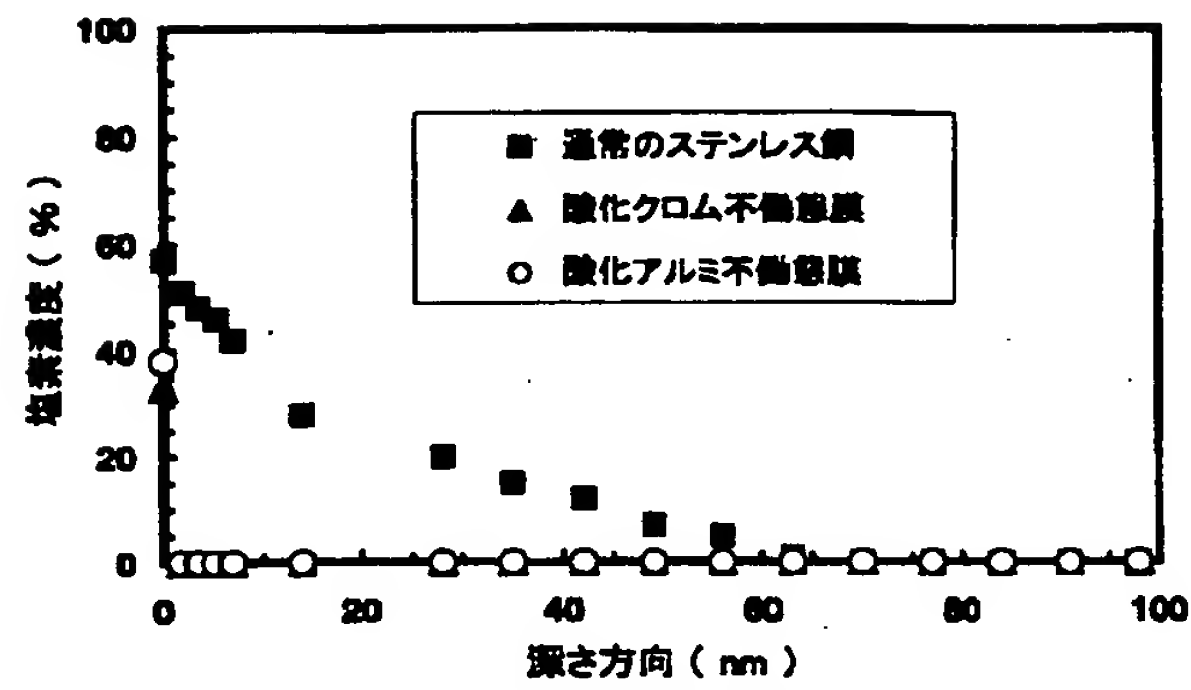


図8 各種サンプルの塩素ガスによる耐食試験

【図8】

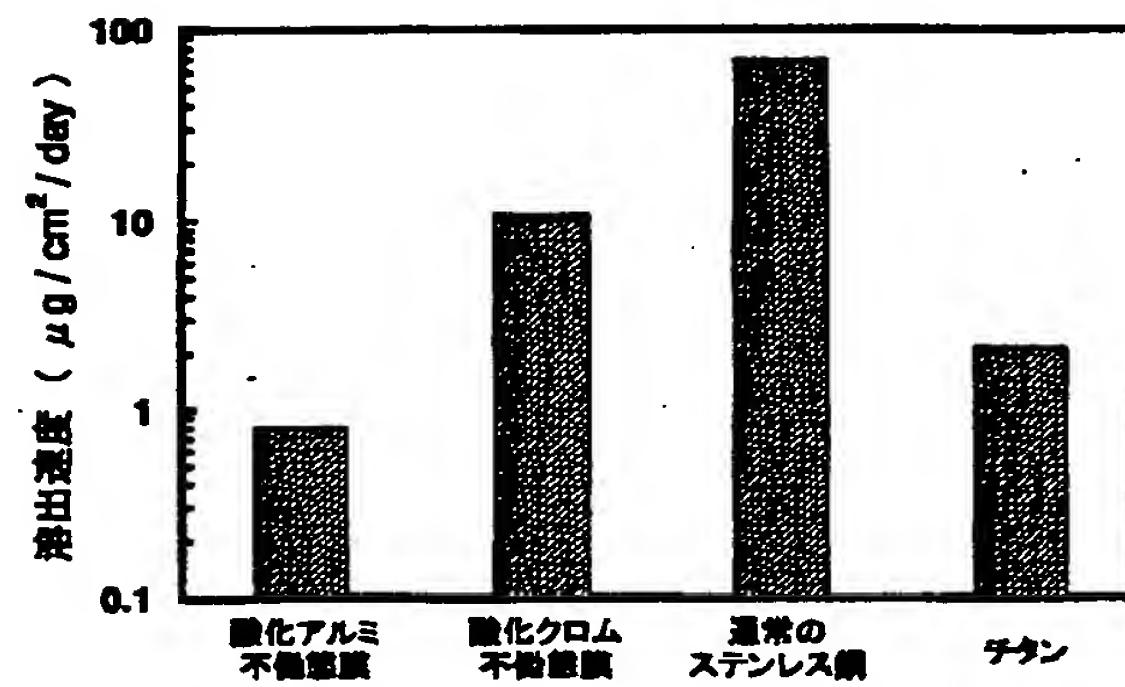


図9 各種サンプルのオゾン水溶出試験

【図9】

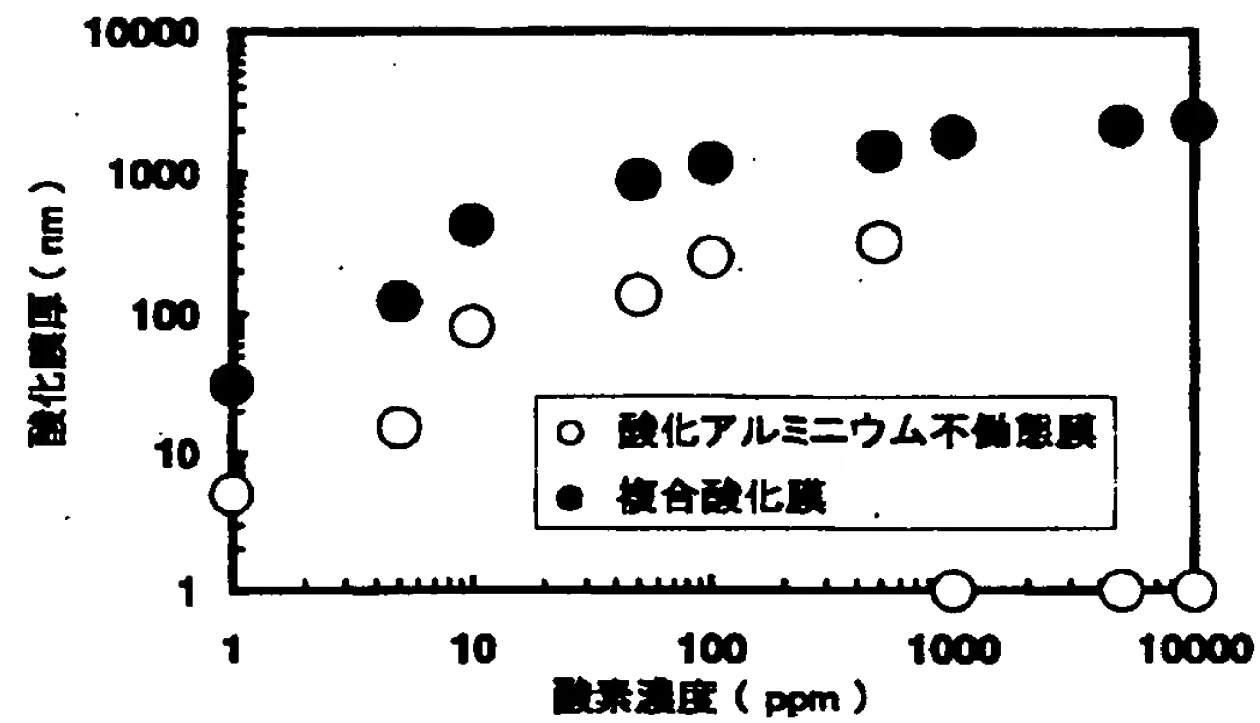


図10 溶接部の酸化膜厚の酸素濃度依存性

【図10】

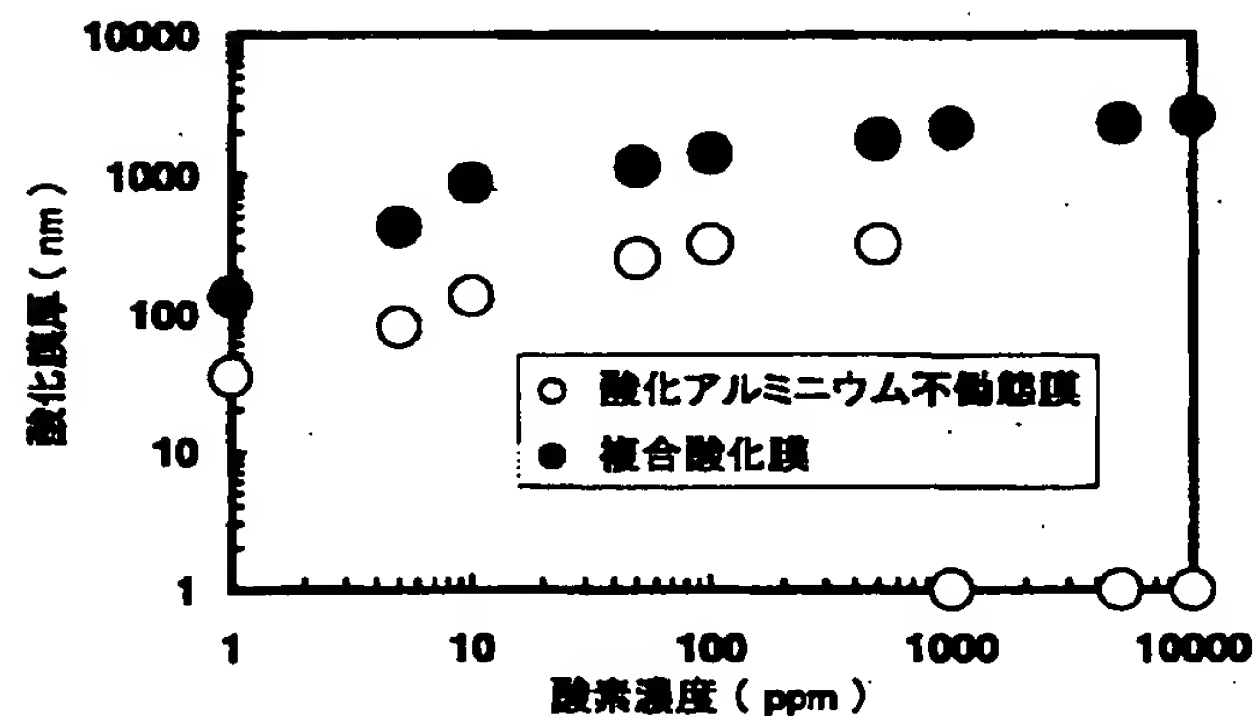


図11 溶接部の酸化膜厚の水分濃度依存性

【手続補正書】

【提出日】平成10年4月27日

【手続補正1】

【補正対象書類名】図面

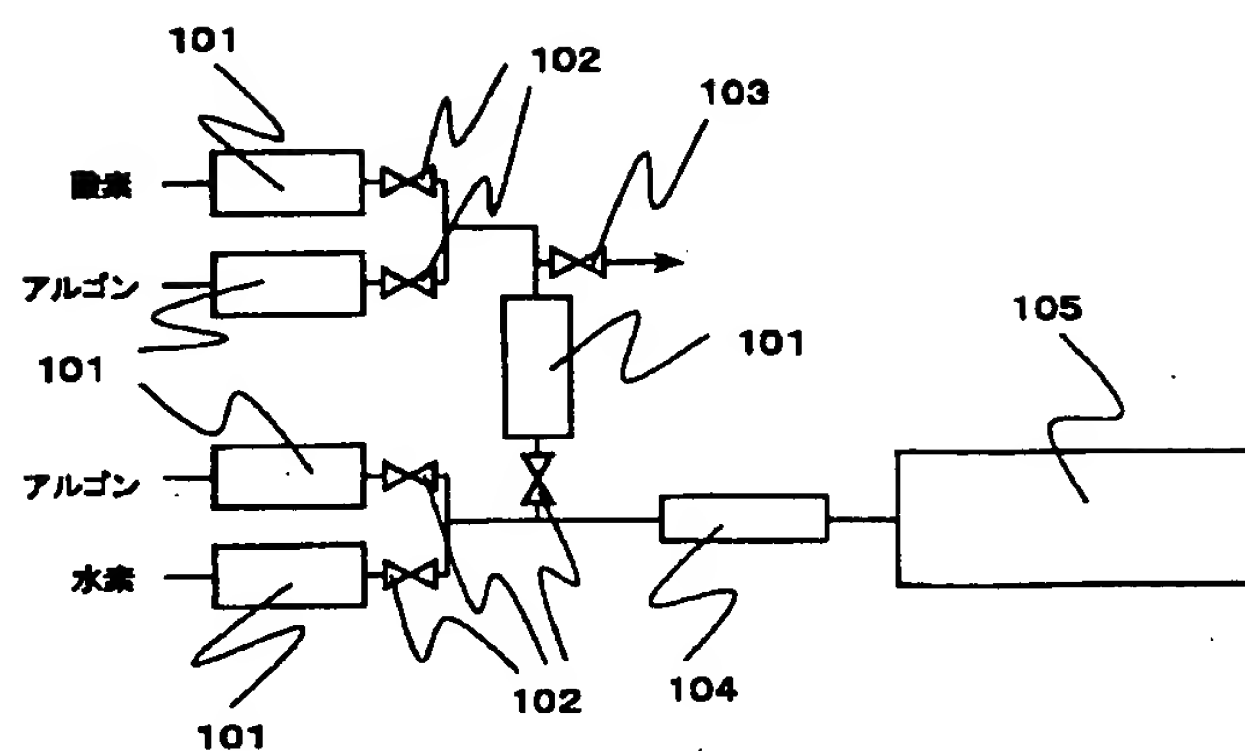
【補正対象項目名】全図

【補正方法】変更

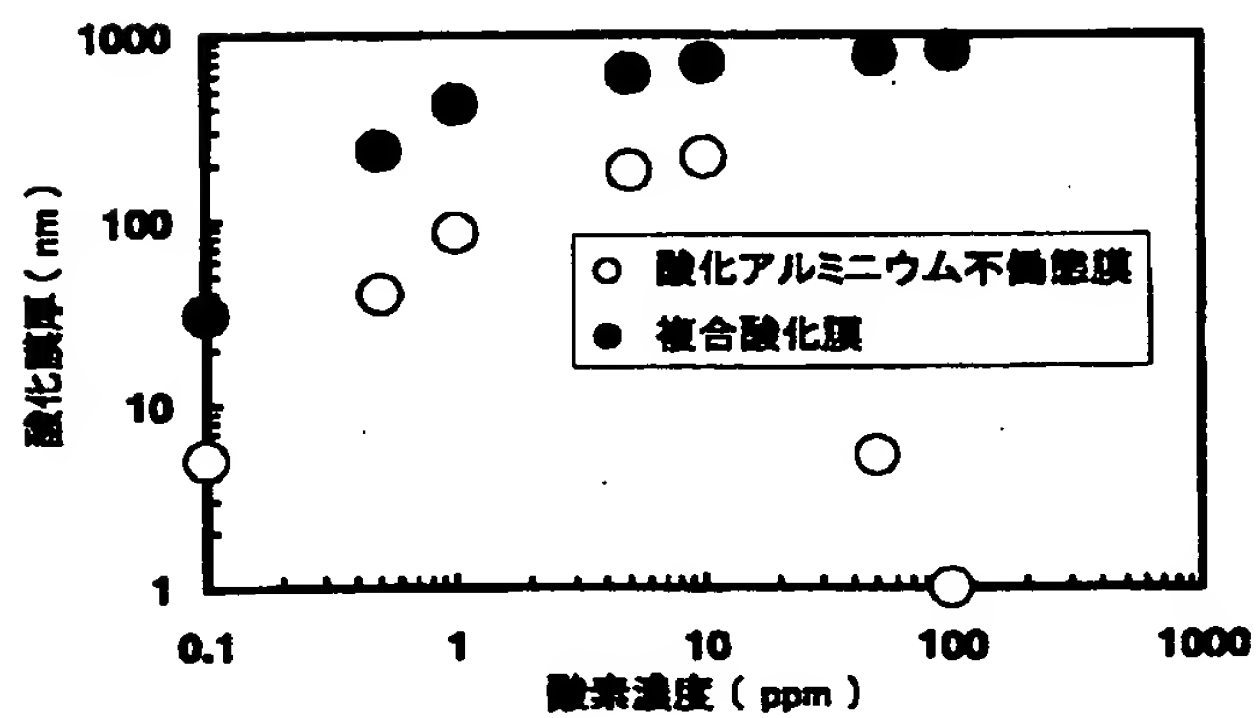
【補正内容】



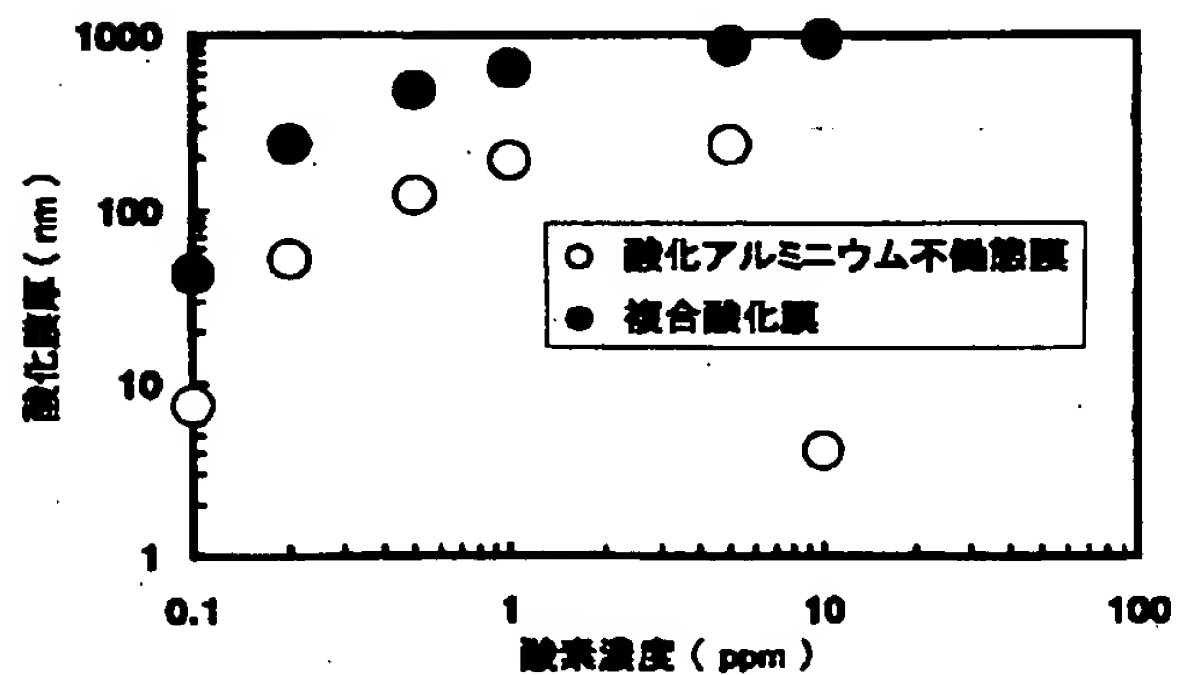
【図1】



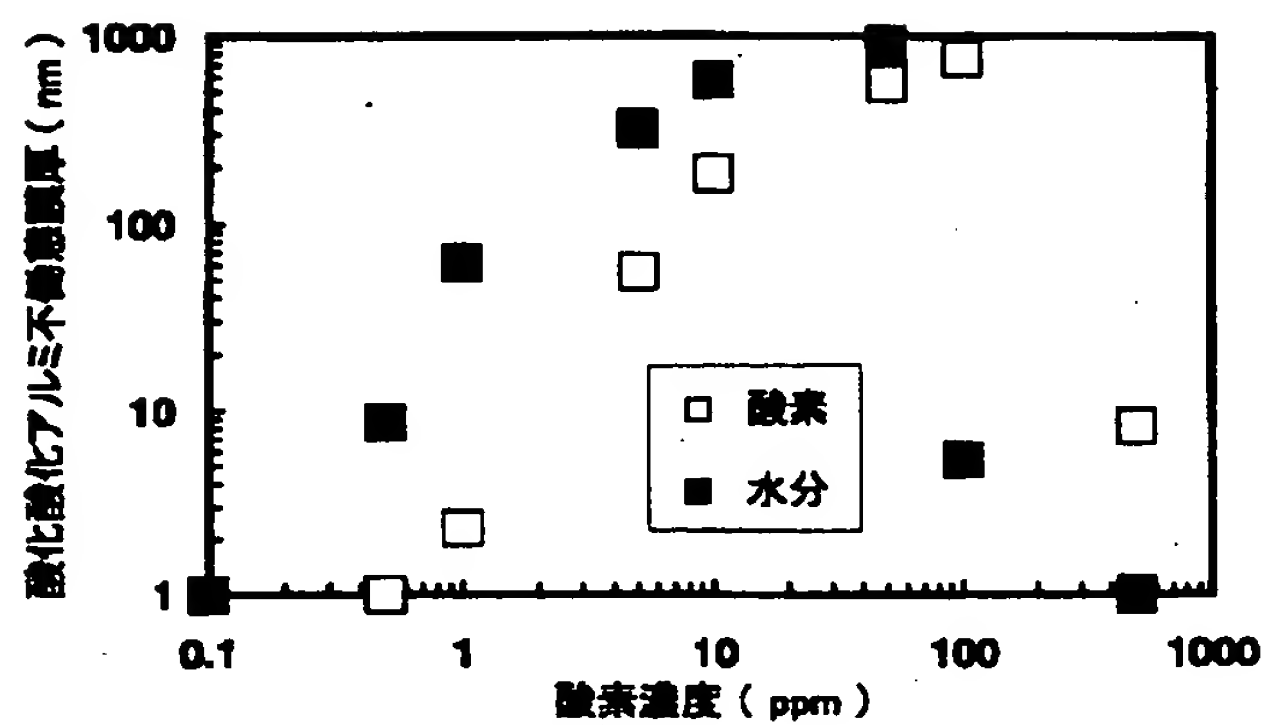
【図2】



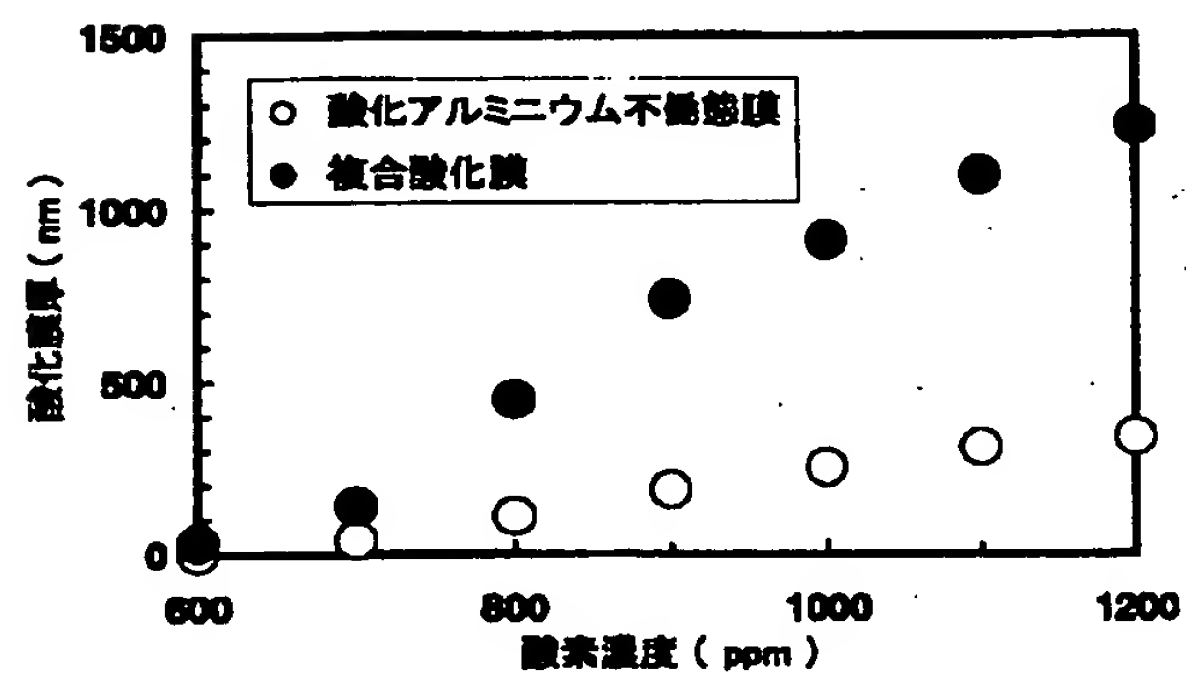
【図3】



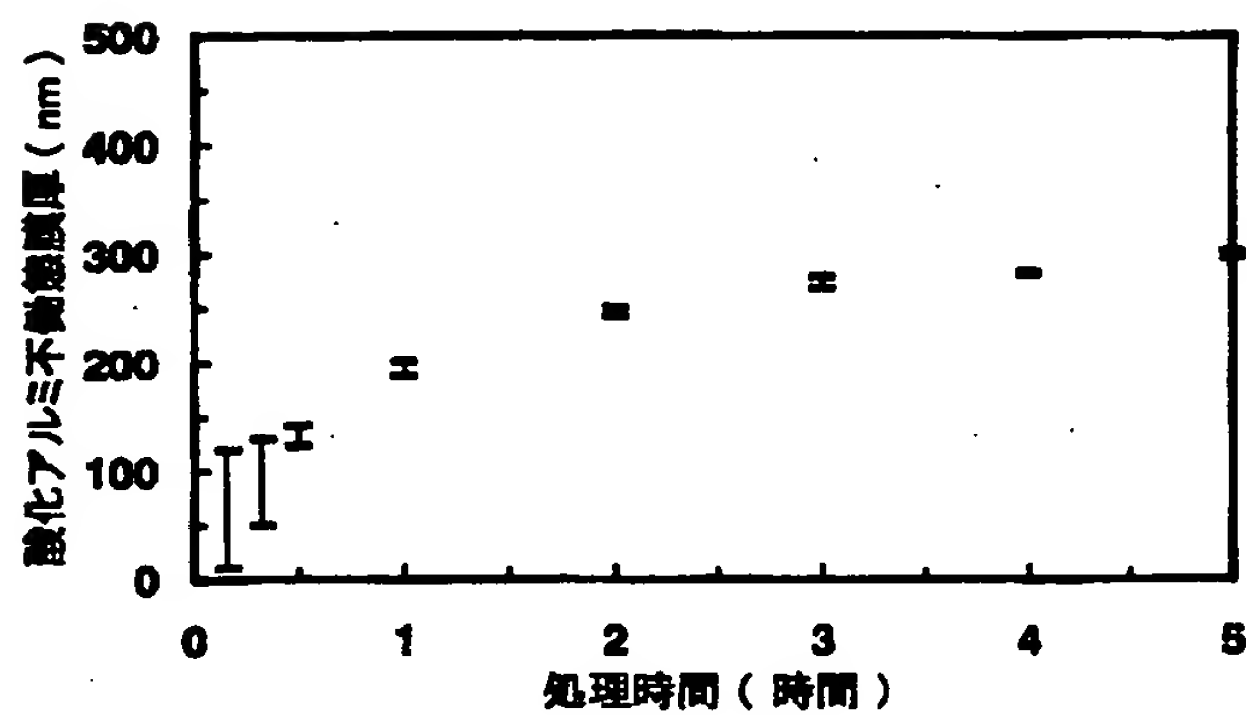
【図4】



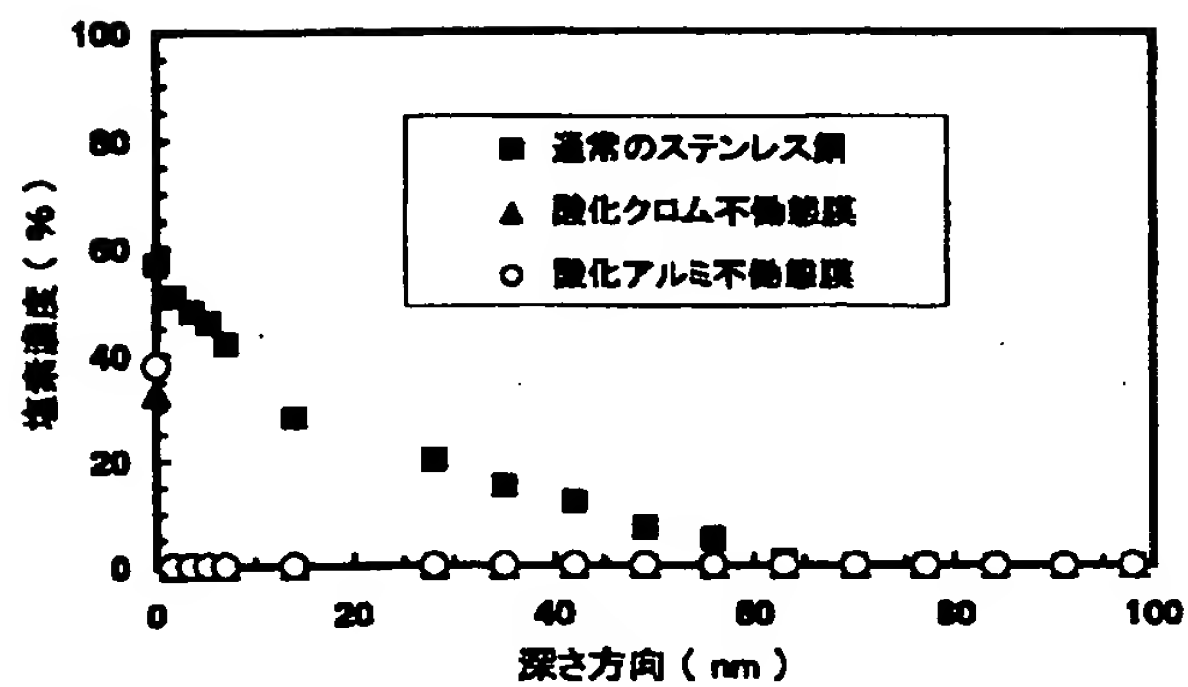
【図5】



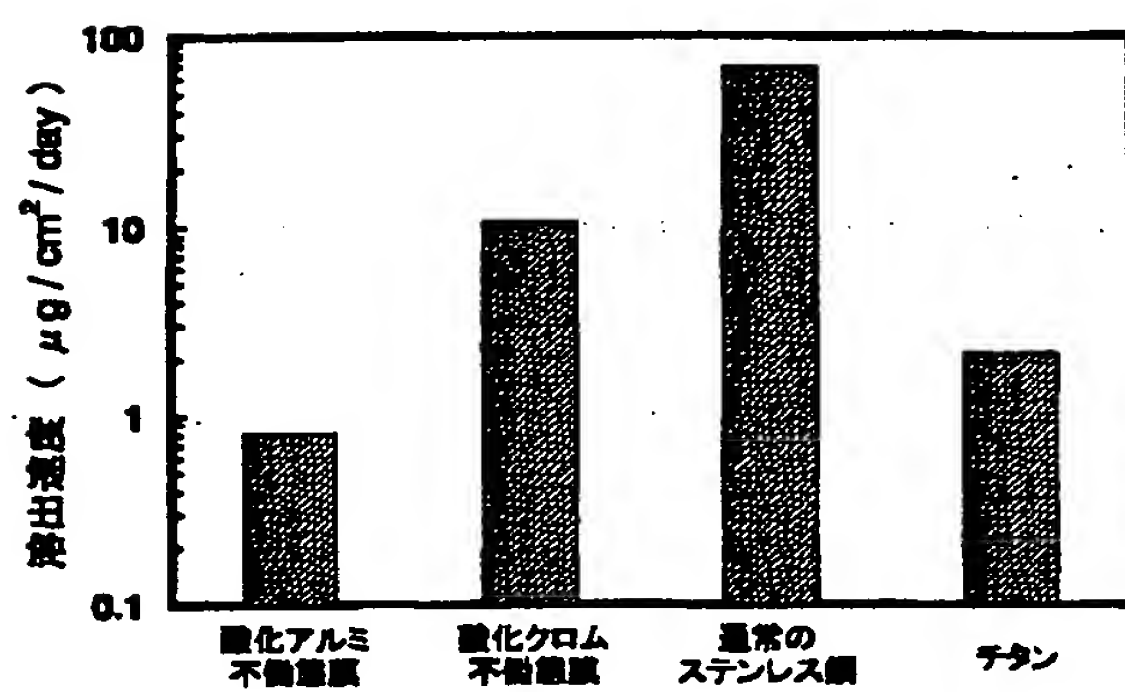
【図6】



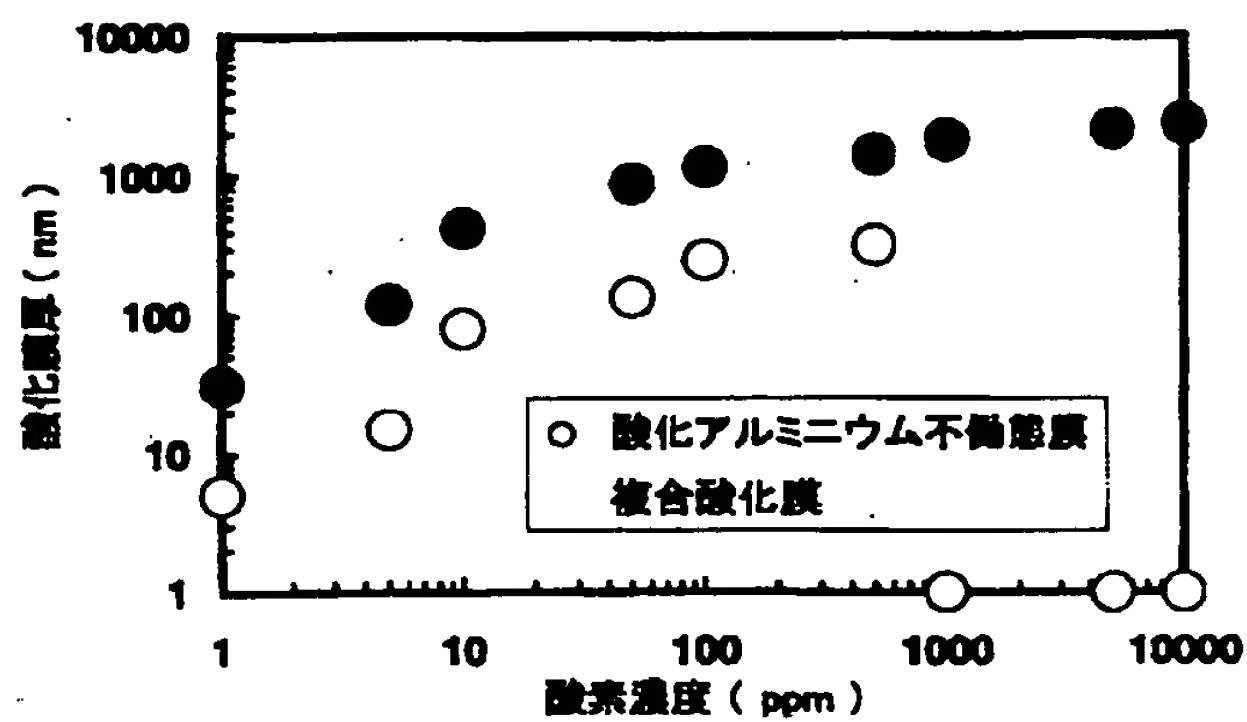
【図7】



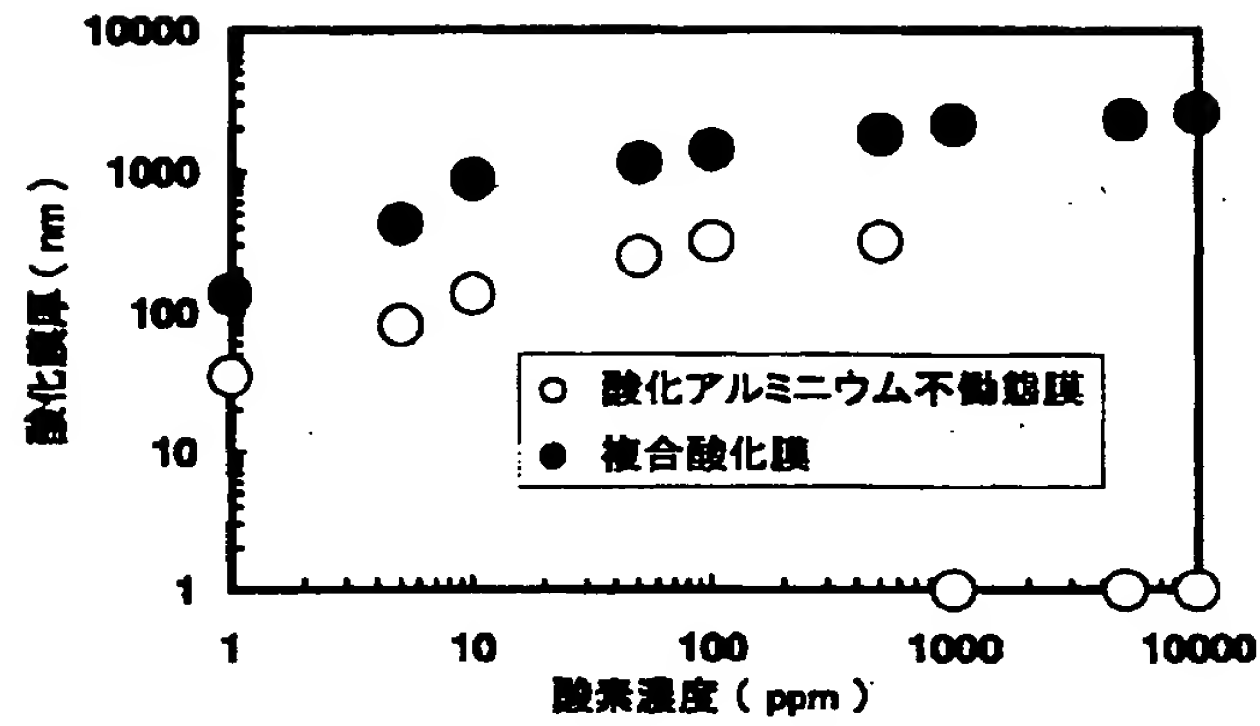
【図8】



【図9】



【図10】



フロントページの続き

(72)発明者 新田 雄久  
東京都文京区本郷4丁目1番4号株式会社  
ウルトラクリーンテクノロジー開発研究所  
内

(72)発明者 白井 泰雪  
宮城県仙台市青葉区荒巻字青葉(無番地)  
東北大学内